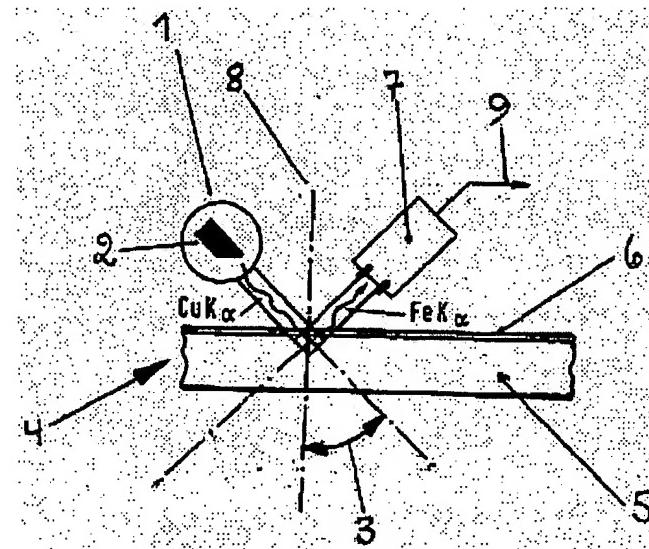


**Establishing thickness of coating on support material comprises using measured absorption of excited fluorescent beam which has passed through coating**

**Patent number:** DE10034747  
**Publication date:** 2002-02-07  
**Inventor:** LIPHARDT MANFRED (DE)  
**Applicant:** LIPHARDT MANFRED (DE)  
**Classification:**  
- International: G01B15/02; D06H3/08; G01B105/20  
- european: G01B15/02  
**Application number:** DE20001034747 20000718  
**Priority number(s):** DE20001034747 20000718

**Report a data error here****Abstract of DE10034747**

Establishing the thickness of a coating (6) on a support material (5) comprises using the measured absorption of an excited fluorescent beam which has passed through the coating. An Independent claim is also included for a device for carrying out the process comprising an X-ray tube (1) and a radiation detector (7). Preferred Features: An X-ray beam is used whose energy is higher than that of the absorption edge of the support material but lower than that of the absorption edge of the coating material. A germanium anode (2) is arranged within the X-ray tube. The radiation detector is a counting tube, a scintillator counter or a semiconductor detector based on silicon doped with lithium.



---

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 100 34 747 A 1

⑯ Int. Cl. 7:  
G 01 B 15/02  
D 06 H 3/08  
// G01B 105:20

DE 100 34 747 A 1

⑯ Aktenzeichen: 100 34 747.9  
⑯ Anmeldetag: 18. 7. 2000  
⑯ Offenlegungstag: 7. 2. 2002

⑯ Anmelder:  
Liphardt, Manfred, 31185 Söhlde, DE  
  
⑯ Vertreter:  
Kosel, Sobisch & Callies, 37581 Bad Gandersheim

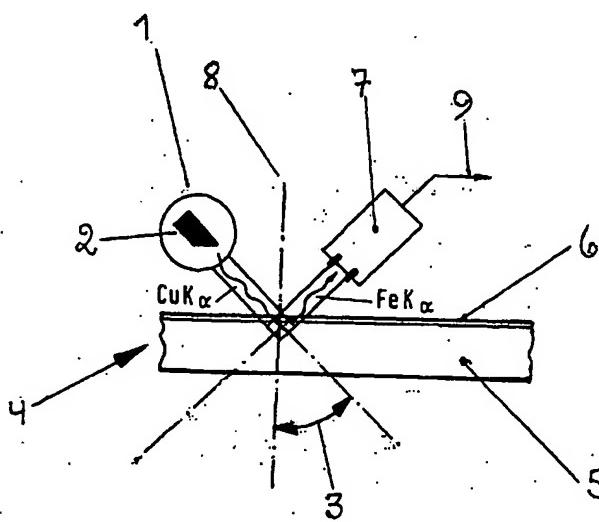
⑯ Erfinder:  
gleich Anmelder  
  
⑯ Entgegenhaltungen:  
DE 29 46 567 A1  
GB 12 39 797  
US 41 29 778  
JP 07-1 28 042 A

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑯ Verfahren und Vorrichtung zur Feststellung der Dicke eines Beschichtungswerkstoffes auf einem Trägerwerkstoff

⑯ Zur kontinuierlichen Messung der Dicke eines Beschichtungswerkstoffes (6) auf einem Trägerwerkstoff (5), nämlich zur Gewinnung von Schichtdickeninformationen zwecks Steuerung des Beschichtungsprozesses, wobei der Trägerwerkstoff (5) durch Stahl und der Beschichtungswerkstoff (6) durch Zink gebildet ist, wird ein Messverfahren vorgeschlagen, bei dem die von einer Röntgenröhre (1) ermittelte Primärstrahlung dahingehend angelegt ist, dass lediglich der Trägerwerkstoff (5), nicht hingegen der Beschichtungswerkstoff (6), zu einer Röntgenfluoreszenzstrahlung angeregt wird, wobei anhand der infolge Durchgangs durch die Beschichtung gegebenen Schwächung der genannten Fluoreszenzstrahlung die Dicke der Beschichtung ermittelt wird. Die mit einem Strahlungsdetektor (7) ausgewertete Strahlung wird in ein elektrisches Signal umgewandelt und auf einer Leitung (9) für Regelungszwecke zur Verfügung gestellt. Wesentlich ist, dass die Primärstrahlung derart angelegt ist, dass deren Strahlungsenergie größer als die der Absorptionskante des Trägerwerkstoffes (5) entsprechende Energie jedoch kleiner als die der Absorptionskante des Beschichtungswerkstoffes (6) entsprechende Energie bemessen ist. Unter dieser Bedingung entfällt eine Anregung von Fluoreszenzstrahlung in dem Beschichtungswerkstoff (6).



DE 100 34 747 A 1

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren entsprechend dem Oberbegriff des Anspruchs 1. Die Erfindung bezieht sich ferner auf eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

[0002] Ein wesentlicher Anwendungsfall des Erfindungsgegenstands betrifft die Messung der Dicken von Zinkbeschichtungen auf Stahlfeinblech, insbesondere in kontinuierlicher Weise während des Produktionsvorgangs. Es dient dies unter anderem der Gewinnung von Informationen zur Steuerung des Beschichtungsprozesses. Es ist bekannt, die Dicke der Zinkbeschichtung anhand der in dieser angeregten Röntgenfluoreszenzstrahlung zu erfassen, wobei eine primäre monochromatische Röntgenstrahlung benutzt wird, deren Strahlungsenergie oberhalb der Absorptionskante von Zink bemessen ist. Die jeweils werkstoffspezifischen Absorptionskanten entsprechen der Energie, die erforderlich ist, um ein Elektron, z. B. der K-Schale aus dem Atomverband zu entfernen. Nachdem zur Fluoreszenzanregung eines Elementes nur die Strahlungsanteile einer primären Röntgenstrahlung beitragen, deren Energie oberhalb der Absorptionskante des maßgeblichen Elementes in der Beschichtung angelegt ist, führt diese Vorgehensweise zu einer Fluoreszenzanregung sowohl des Eisens als auch des Zinks, wobei aus dieser Gesamtstrahlung der Strahlungsanteil des Eisens eliminiert werden muss und wobei anhand der beobachteten Intensität der auf die Zinkschicht zurückführbaren Fluoreszenzstrahlung die Dicke dieser Schicht ermittelt werden kann.

[0003] Es ist darüber hinaus bekannt, die Schichtdicke gravimetrisch, d. h. mittels einer Probenentnahme zu messen, ein Verfahren, welches sich jedoch nicht zur kontinuierlichen Dickenmessung im Rahmen eines Produktionsprozesses eignet. Darüber hinaus ist auch eine magnetisch induktive Erfassung der Zinkschichtdicke bekannt.

[0004] Es ist vor diesem Hintergrund die Aufgabe der Erfindung, ein Verfahren und eine Vorrichtung zu konzipieren, die insbesondere zur kontinuierlichen Messung der Dicke eines Beschichtungswerkstoffs auf einem Trägerwerkstoff bestimmt und die zum unmittelbaren Einsatz zur Regelung des Beschichtungsprozesses geeignet sind. Gelöst ist diese Aufgabe bei einem gattungsgemäßen Verfahren durch die Merkmale des Kennzeichnungsteils des Anspruchs 1.

[0005] Erfindungswesentlich ist hiermache, dass nicht die Fluoreszenzstrahlung des Beschichtungswerkstoffs die Ausgangsgröße für eine Messung bildet, sondern diejenige des Trägerwerkstoffs. Dies bedeutet, dass in Abkehr von dem eingangs dargelegten Stand der Technik, bei welchem die angeregte Strahlung des Trägerwerkstoffs lediglich eine zu eliminierende Störgröße bildet, diese Strahlung nunmehr die Ausgangsgröße bildet, um die Dicke der Beschichtung zu erfassen. Die von dem Trägerwerkstoff emittierte Fluoreszenzstrahlung erfährt beim Durchgang durch die Beschichtung eine dickenabhängige Schwächung, so dass anhand eines Vergleichs der Intensitätswerte der infolge Durchgangs durch die Beschichtung geschwächten Strahlung mit einem Referenzwert die Dicke der Beschichtung ermittelbar ist. Dieses Verfahren ist kontinuierlich durchführbar und somit insbesondere zur Verwendung im Rahmen einer dem Beschichtungsprozess zugeordneten Regelung verwendbar.

[0006] Die Merkmale des Anspruchs 2 sind auf eine erste Konkretisierung des Erfindungsgegenstands dahingehend gerichtet, dass als Primärstrahlung eine solche Röntgenstrahlung benutzt wird, deren Strahlungsenergie höher bemessen ist als die der Absorptionskante des Trägerwerkstoffs entsprechende Energie, jedoch niedriger als die der Absorptionskante des Beschichtungswerkstoffs entspre-

chende Energie. Dies wiederum bedeutet, dass eine Röntgenfluoreszenzstrahlung lediglich in dem Trägerwerkstoff, nicht hingegen in dem Beschichtungswerkstoff angeregt wird. Dies ist beispielsweise bei Stahl als Trägerwerkstoff und Zink als Beschichtungswerkstoff möglich, indem als primäre Röntgenstrahlung das von einer Kupferanode emittierte Spektrum benutzt wird, welches die eingangs genannte Bedingung erfüllt.

[0007] Entsprechend den Merkmalen des Anspruchs 3 kann eine monochromatische oder zumindest angenähert monochromatische Röntgenstrahlung benutzt werden.

[0008] Gemäß den Merkmalen des Anspruchs 4 hingegen wird eine Primärstrahlung benutzt, deren Strahlungsenergie höher bemessen ist als die den Absorptionskanten des Beschichtungswerkstoffs und des Trägerwerkstoffs entsprechenden Energiewerte, wobei aus der angeregten Fluoreszenzstrahlung diejenige des Beschichtungswerkstoffs eliminiert wird und lediglich diejenige des Trägerwerkstoffs verwendet wird, indem deren schichtdickenabhängige Schwächung gemessen wird. Hierbei kann zur Erzeugung der Primärstrahlung eine Anode aus Germanium in der eingesetzten Röntgenröhre verwendet werden. Nachdem die Intensität der angeregten Fluoreszenzstrahlung elementspezifisch und durch die Dicke beeinflusst wird, ergibt sich ein Kriterium zum Ausfiltern der auf den Trägerwerkstoff Stahl zurückführbaren Strahlung. Besonders vorteilhaft ist eine Ausfilterung der auf den Trägerwerkstoff zurückführbaren Strahlung durch Verwendung eines Si(Li)-Halbleiterdetektors, d. h. eines Halbleiterdetektors auf der Basis von mit Lithium dotiertem Silizium mit einem nachgeschalteten Vielkanalaylsator.

[0009] Die eingangs dargelegte Aufgabe ist – soweit dies die dem erfundungsgemäßen Verfahren zugrunde liegende Vorrichtung betrifft, bei einer solchen Vorrichtung durch die

[0010] 35 Merkmale des Kennzeichnungsteils des Anspruchs 5 gelöst.

[0011] 35 Die Merkmale der Ansprüche 6 bis 11 beziehen sich auf weitere vorteilhafte Ausgestaltungen dieser Vorrichtung.

[0012] 40 Die Erfindung wird im Folgenden unter Bezugnahme auf das in den Zeichnungen wiedergegebene Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. Es zeigen:

[0013] 45 Fig. 1 eine Darstellung des Schemas einer erfundungsgemäßen Messanordnung zur Erfassung der Dicke einer Zinkschicht auf einem Stahlblech;

[0014] 50 Fig. 2 eine grafische qualitative Darstellung des Funktionszusammenhangs zwischen der Dicke der Zinkschicht und der gemessenen Intensität einer Fluoreszenzstrahlung für den Fall der Anregung lediglich des Stahlblechs;

[0015] 55 Fig. 3 eine grafische qualitative Darstellung des Funktionszusammenhangs zwischen der Dicke der Zinkschicht und der gemessenen Intensität einer Fluoreszenzstrahlung im halblogarithmischen Maßstab für den Fall der Anregung sowohl des Eisens im Stahlblech als auch der Zinkschicht mit anschließender Ausfilterung der Strahlung des Eisens im Stahlblech.

[0016] 60 Mit 1 ist in Fig. 1 eine Röntgenröhre dargestellt, deren Anode 2 in an sich bekannter Weise zur Emission von Röntgenstrahlung angeregt wird.

[0017] 65 Diese Röntgenstrahlung trifft unter einem Winkel 3 auf die zugekehrte Oberfläche eines ebenen Bleches 4 auf, dessen Trägerwerkstoff 5 aus Stahl besteht, welcher mit einem Beschichtungswerkstoff 6 nach Maßgabe einer definierten Dicke – senkrecht zur Ebene des Bleches 4 gesehen – beschichtet ist. Bei dem Beschichtungswerkstoff 6 handelt es sich in dem gezeigten Ausführungsbeispiel um Zink.

[0018] 70 Mit 7 ist ein Strahlungsdetektor bezeichnet, beispielsweise ein Si(Li)-Halbleiterdetektor, dessen Empfangs-

winkel gegenüber einer Flächennormalen 8 dem Winkel 3 entspricht. Dem Strahlungsdetektor ist ein Vielkanalanalytator nachgeordnet.

[0018] Als Anode 2 innerhalb der Röntgenröhre 1 wird eine Kupferanode verwendet, so dass das emittierte Röntgenspektrum aus der Kupfer K-Strahlung besteht, deren Strahlungsenergie oberhalb der, der Absorptionskante von Eisen entsprechenden Energie jedoch unterhalb der Energie liegt, die der Absorptionskante von Zink entspricht. Dies hat zur Folge, dass es lediglich innerhalb des Trägerwerkstoffs 5, nämlich dem fast ausschließlich aus Eisen bestehenden Stahl, zu einer Anregung von Fluoreszenzstrahlung kommt, nicht hingegen innerhalb des Beschichtungswerkstoffs 6.

[0019] Bei dieser Variante des erfundungsgemäßen Verfahrens wird somit die K-Strahlung insgesamt verwendet, die bekanntlich im Wesentlichen aus  $K_{\alpha}$ -Anteilen und  $K_{\beta}$ -Anteilen zusammengesetzt ist. Grundsätzlich kann das Verfahren auch unter Verwendung lediglich der  $K_{\alpha}$ -Strahlung durchgeführt werden, so dass aus dem emittierten Röntgenspektrum diese  $K_{\alpha}$ -Strahlung ausgefiltert werden muss. Die Trennung von  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Anteilen kann beispielsweise mittels eines Impulshöhenanalysators erfolgen.

[0020] Die Verwendung einer zumindest angenähert monochromatischen Strahlung in der Form der  $K_{\alpha}$ -Strahlung ist jedoch an sich nicht notwendig, und es kann das Verfahren gleichermaßen unter Verwendung der K-Strahlung, somit des gesamten Spektrums durchgeführt werden.

[0021] Diese angenähert monochromatische  $K_{\alpha}$ -Strahlung ist im Sinne der Erfindung derart anzulegen, dass die eingangs genannte Bedingung hinsichtlich der Absorptionskanten des Beschichtungswerkstoffs 6 einerseits und des Trägerwerkstoffs 5 andererseits erfüllt ist. Die durch das Eisen emittierte Fluoreszenzstrahlung erfährt in jedem Fall beim Durchgang durch den Beschichtungswerkstoff 6 infolge Absorption eine Schwächung, die in einem unmittelbaren Funktionszusammenhang zur Dicke dieser Schicht steht.

[0022] Die Intensität der mittels des Strahlungsdetektors 7 erfassten Strahlung im Vergleich zur Intensität einer Referenzstrahlung, beispielsweise der von dem Trägerwerkstoff 5 emittierten ungeschwächten Fluoreszenzstrahlung, liefert eine Information über die jeweils durchstrahlte Schichtdicke der Zinkbeschichtung.

[0023] Bei der Verwendung von Kupfer im Rahmen der Anode 2 kann aus der Röntgenstrahlung mittels einer Nikelfolie die  $K_{\alpha}$ -Strahlung gewonnen werden. Diese Art der Monochromatisierung, insbesondere zur Unterdrückung der  $K_{\beta}$ -Strahlung ist mit einer erheblichen Schwächung der Primärstrahlung, die zur Anregung der Fluoreszenzstrahlung erforderlich ist, verbunden.

[0024] Die im Rahmen des Strahlungsdetektors 7 erfasste Intensität wird durch einen elektrischen Messwert dargestellt, der über eine Leitung 9 für eine weitere Auswertung, insbesondere zur Steuerung des Beschichtungsprozesses benutzt werden kann. Der Winkel zwischen der Strahlrichtung der Röntgenröhre 1 sowie der Empfangsrichtung des Strahlungsdetektors 7 kann bei der gewählten werkstofflichen Kombination 90° betragen. Dies bietet den Vorteil, dass ein Einfluss möglicher Beugungslinien von Kristallen der Zinkschicht unterdrückt wird.

[0025] Eine direkte Erfassung der Zinkschichtdicke ist auch dadurch möglich, dass eine Strahlung verwendet wird, deren Strahlungsenergie einem Wert oberhalb der Absorptionskante von Zink entspricht. Dies ist z. B. bei Verwendung von Germanium als Anode möglich. In diesem Fall wird entweder die K-Strahlung oder nach Ausfilterung der  $K_{\alpha}$ -Anteil des Spektrums zur Anregung von Fluoreszenzstrahlung benutzt. Es wird jedoch sowohl im Eisen als auch im

Zink eine Fluoreszenzstrahlung angeregt, welches eine Trennung beider Strahlungsanteile erforderlich macht. Eine Anwendung einer energetisch derart angelegten Strahlung erscheint jedoch äußerstensfalls im Bereich sehr geringer Zinkschichtdicken, beispielsweise von weniger als 2 µm sinnvoll bzw. in einem solchen Bereich, in welchem sich noch keine Sättigung der durch die Zinkschicht emittierten Fluoreszenzstrahlung eingestellt hat.

[0026] Die Grafik gemäß Fig. 2 verdeutlicht qualitativ das Ergebnis der erfundungsgemäßen Lehre. Hierbei ist in linearem Maßstab auf der Abszisse 10 die Dicke der Zinkschicht und auf der Ordinate, ebenfalls in linearem Maßstab, ein Verhältniswert, der die über den Strahlungsdetektor 7 gemessene Intensität im Verhältnis zu einem Referenzwert dieser Intensität setzt. Es handelt sich hierbei somit um die funktionale Abhängigkeit der gemessenen Fluoreszenzstrahlung des Eisens in Abhängigkeit von der Schichtdicke des Zinks.

[0027] Fig. 3 beschreibt qualitativ einen vergleichbaren Zusammenhang, wobei auf der Abszisse 12 im linearen Maßstab die Schichtdicke der Zinkschicht und auf der Ordinate in logarithmischem Maßstab die Intensität der Fluoreszenzstrahlung des Eisens aufgetragen ist, und zwar unter Verwendung einer Germaniumanode innerhalb der Röntgenröhre und eines Si(Li)-Halbleiterdetektors als Strahlungsdetektor 7, durch welchen eine ausreichende Unterdrückung der unvermeidbar angeregten Zinkfluoreszenzstrahlung mit Hilfe eines nachgeschalteten Vielkanalanalytors erreichbar ist.

[0028] Man erkennt aus obigen Ausführungen, dass in der erfundungsgemäßen Messanordnung ein vergleichsweise einfache handhabbares System zur Verfügung steht, welches zur laufenden Kontrolle der Schichtdicke beispielsweise bei Anlagen zur Herstellung von bandverzinkten Feinblechen geeignet ist.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Feststellung der Dicke einer Beschichtung (6) auf einem Trägerwerkstoff (5) unter Auswertung einer durch Röntgenstrahlung angeregten Fluoreszenzstrahlung, dadurch gekennzeichnet, dass die Dicke der Beschichtung (6) anhand der gemessenen Absorption der lediglich in dem Trägerwerkstoff (5) angeregten Fluoreszenzstrahlung beim Durchgang durch die Beschichtung (6) ermittelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Röntgenstrahlung verwendet wird, deren Strahlungsenergie höher bemessen ist als die der Absorptionskante des Trägerwerkstoffs (5) jedoch niedriger als die der Absorptionskante des Beschichtungswerkstoffs (6) entsprechende Energie.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine solche monochromatische Röntgenstrahlung verwendet wird, deren Strahlungsenergie höher bemessen ist als die der Absorptionskante des Trägerwerkstoffs (5), jedoch niedriger als die der Absorptionskante des Beschichtungswerkstoffs (6) entsprechende Energie.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine solche Röntgenstrahlung verwendet wird, deren Strahlungsenergie höher bemessen ist als die den Absorptionskanten des Beschichtungswerkstoffs (6) und des Trägerwerkstoffs (5) entsprechenden Energiewerte und dass aus der angeregten Fluoreszenzstrahlung diejenige des Trägerwerkstoffs (5) herausgefiltert und der weiteren Auswertung zugrunde gelegt wird.

5. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorangegangenen Ansprüche 1 oder 2 mit einer Röntgenröhre (1) und einem Strahlungsdetektor (7), die zur Messung der Dicke eines auf einem Trägerwerkstoff (5) befindlichen Beschichtungswerkstoffs (6) bestimmt und eingerichtet sind, dadurch gekennzeichnet, dass die Strahlung der Röntgenröhre (1) im Verhältnis zu dem Beschichtungswerkstoff (6) sowie dem Trägerwerkstoff (5) mit der Maßgabe eingerichtet ist, dass deren Strahlungsenergie größer ist als die der Absorptionskante des Trägerwerkstoffs (5) entsprechende Energie, jedoch kleiner als die der Absorptionskante des Beschichtungswerkstoffs (6) entsprechende Energie.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorangegangenen Ansprüche 1 oder 4, mit einer Röntgenröhre (1) und einem Strahlungsdetektor (7), die zur Messung der Dicke eines auf einem Trägerwerkstoff (5) befindlichen Beschichtungswerkstoffs bestimmt und eingerichtet sind, dadurch gekennzeichnet, dass die Strahlung der Röntgenröhre (1) im Verhältnis zu dem Beschichtungswerkstoff (6) sowie dem Trägerwerkstoff (5) mit der Maßgabe eingerichtet ist, dass deren Strahlungsenergie größer ist als die der Absorptionskanten des Beschichtungswerkstoffs (6) sowie des Trägerwerkstoffs (5) entsprechenden Energiewerte und dass der Strahlungsdetektor (7) zusätzlich zum Ausfiltern der dem Trägerwerkstoff (5) zugeordneten Fluoreszenzstrahlung eingerichtet ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Röntgenröhre (1) ein Filter zur Bildung einer zumindest angenähert monochromatischen Strahlung zugeordnet ist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass zur Feststellung der Dicken eines aus Zink bestehenden Beschichtungswerkstoffs (6) bei einem aus Stahl bestehenden Trägerwerkstoff (5) eine Röntgenröhre (1) mit einer Kupferanode eingesetzt ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, gekennzeichnet durch ein Nickelfilter zur Bildung einer monochromatischen Primärstrahlung ausgehend von dem der Kupferanode zugeordneten Röntgenspektrum.

10. Vorrichtung nach Anspruch 6, gekennzeichnet durch eine Germaniumanode innerhalb der Röntgenröhre (1) und einen Halbleiterdetektor auf der Basis von mit Lithium dotiertem Silizium als Strahlungsdetektor.

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 5, 6 oder 9, gekennzeichnet durch ein Zählrohr, einen Szintillationszähler oder einen Halbleiterdetektor auf der Basis von mit Lithium dotiertem Silizium als Strahlungsdetektor.

---

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

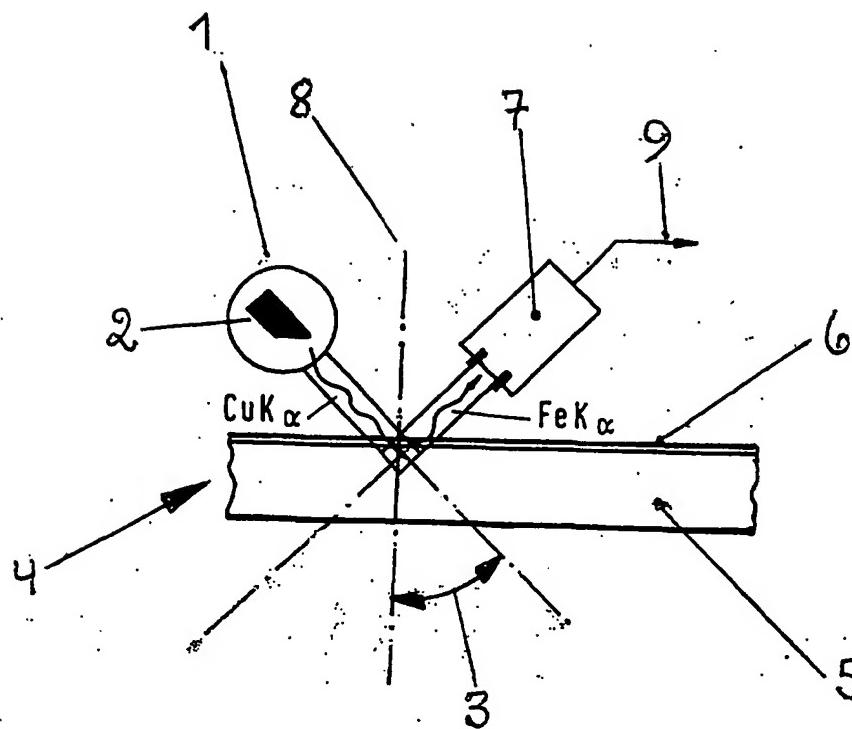
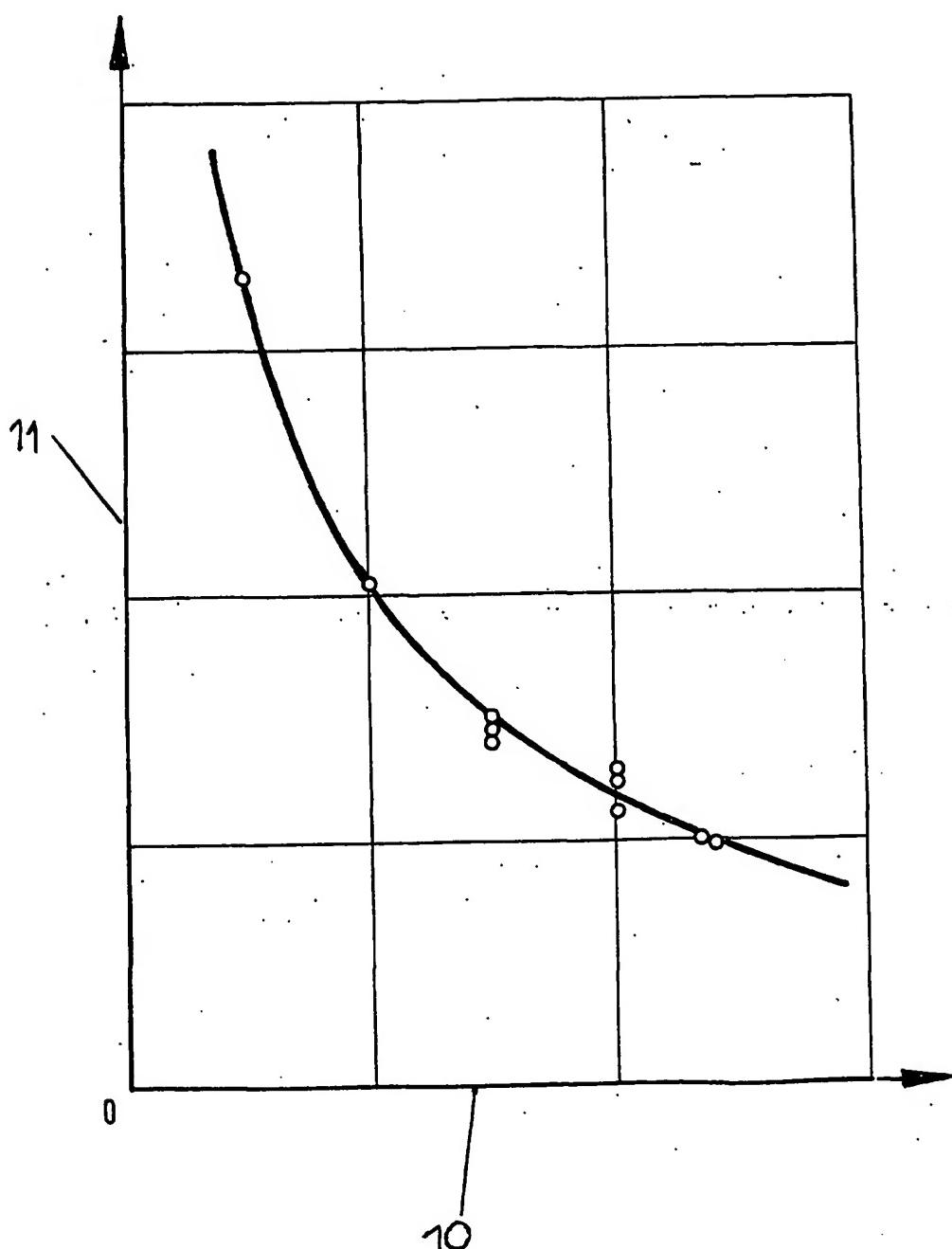


Fig. 1

Fig. 2

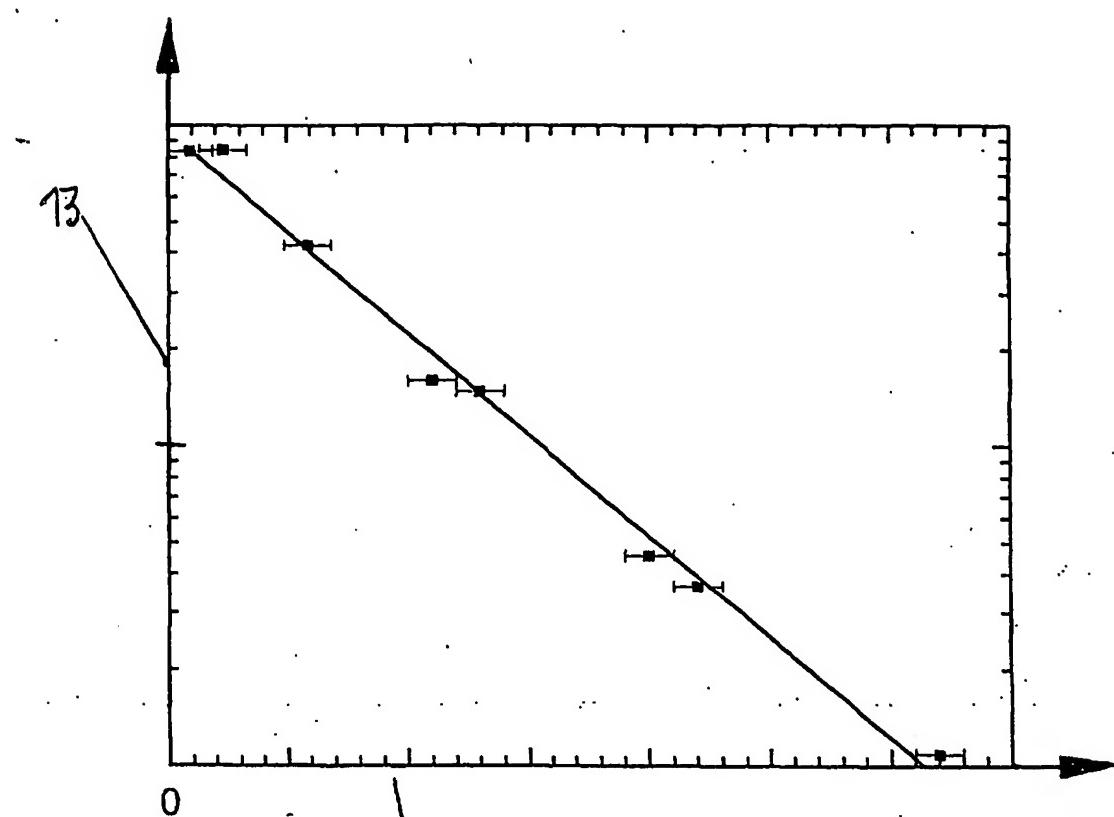


Fig. 3